(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum Internationales Büro





(43) Internationales Veröffentlichungsdatum 1. September 2005 (01.09.2005)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer WO 2005/080660 A1

- (51) Internationale Patentklassifikation⁷: **D04H 3/02**, 3/03, 3/16, 3/10, D01F 2/00, D02J 1/08, D06B 5/06, D01D 5/08, D01F 2/24
- (21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2005/001632
- (22) Internationales Anmeldedatum:

17. Februar 2005 (17.02.2005)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität: 10 2004 007 618.9

17. Februar 2004 (17.02.2004) DE

- (71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US): FRAUNHOFER-GESELLSCHAFT ZUR FÖRDERUNG DER ANGEWANDTEN FORSCHUNG E.V. [DE/DE]; Hansastrasse 27c, 80686 München (DE).
- (72) Erfinder; und
- (75) Erfinder/Anmelder (nur für US): WEIGEL, Peter [DE/DE]; Seelenbinderstrasse 3B, 14532 Kleinmachnow (DE). FINK, Hans-Peter [DE/DE]; Kiefernweg 7, 14513 Teltow (DE). DOSS, Michael [DE/DE]; Storchenhof 4, 14476 Golm (DE).

- (74) Anwalt: PFENNING, MEINIG & PARTNER GBR; Mozartstrasse 17, 80336 München (DE).
- (81) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.
- (84) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare regionale Schutzrechtsart): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht:

mit internationalem Recherchenbericht

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

 $({\bf 54})$ Title: METHOD FOR PRODUCING NON-WOVENS, A CORRESPONDING NON-WOVEN AND THE PRODUCTION THEREOF

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON VLIESSTOFFEN, VLIESSTOFF UND DESSEN VERWENDUNG

- (57) Abstract: The invention concerns a method for producing non-wovens during which a cellulose carbamate solution is spun by means of extrusion through a nozzle block having a number of openings into a precipitation bath to form a number of endless threads and, afterwards, is mingled by subjecting it to a flow of a gaseous medium and/or fluid. The invention also concerns a non-woven of the aforementioned type and the use thereof.
- (57) Zusammenfassung: Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Vliesstoffen, bei dem eine Cellulosecarbamat-Lösung mittels Extrusion durch einen mehrere Öffnungen enthaltenden Düsenblock in ein Fällbad zu mehreren Endlosfäden versponnen wird, die im Anschluss durch Anströmen mit gasförmigen Medium und/oder Fluid verwirbelt wird. Ebenso betrifft die Erfindung einen derartigen Vliesstoff sowie dessen Verwendung.





<u>Verfahren zur Herstellung von Vliesstoffen, Vliesstoff und dessen Verwendung</u>

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Vliesstoffen, bei dem eine Cellulosecarbamat-Lösung mittels Extrusion durch einen mehrere Öffnungen enthaltenden Düsenblock in ein Fällbad zu mehreren Endlosfäden versponnen wird, die im Anschluss durch Anströmen mit gasförmigen Medium und/oder Fluid verwirbelt wird. Ebenso betrifft die Erfindung einen derartigen Vliesstoff sowie dessen Verwendung.

Nonwovens sind textile Flächengebilde, bei denen der Zusammenhalt der Fasern nicht durch Weben oder Stricken, sondern durch Verhakungen und mitunter auch Verklebungen nach Verwirbelung der Fasern gewährleistet wird. Wegen der vielseitigen Verwendungsmöglichkeiten und der niedrigen Produktionskosten weist die Nonwovens-Produktion nach wie vor hohe jährliche

PCT/EP2005/001632

Wachstumsraten auf. Die Vorteile dieser Vliesmaterialien liegen insbesondere in der hohen Feuchtigkeitsaufnahme, der hohen Variabilität von Dichte und Dicke
sowie der weitgehenden Flächenanisotropie, woraus
sich die zahlreichen Verwendungsmöglichkeiten ergeben, z.B. in der Medizin (Operationsabdecktücher,
Bettücher, Wundabdeckungen, Gaze, Wattepads usw.) für
Hygieneprodukte, als Wischtücher in Haushalt und Industrie, als Dekorationsvliesstoffe (Tischdecken,
Servietten, Vorhänge), Einlegevliese in der Bekleidungsindustrie sowie für zahlreiche technische Anwendungen (z.B. Isoliermatten in der Bauindustrie).

Prinzipiell ist die Vliesbildung aus Kurzfasern, Stapelfasern oder Endlosfilamenten möglich. Die als "Spunbonding" bzw. als "Spunlacing" bezeichneten Verfahren der Vliesbildung aus Endlosfasern haben den Vorteil, dass das Erspinnen der Fasern und das Verlegen zu Vliesen in einem Prozess erfolgen, und sind Gegenstand dieser Erfindung. Als Ausgangsmaterial für die Vliesstoffe ist eine Vielzahl von faserbildenden Polymeren einsetzbar. Vliesstoffe aus Endlosfilamenten werden bevorzugt aus Synthesefasern wie Polyester, Polyacrylnitril oder Polypropylen hergestellt. Viskosefasern werden bevorzugt als Kurz- oder Stapelfasern zur Nonwovensherstellung eingesetzt.

Da das Viskoseverfahren, mit dem nach wie vor der größte Teil der Celluloseregeneratfasern hergestellt wird, mit erheblichen Umweltbelastungen und hohen Investitionskosten verbunden ist, werden bereits seit etlichen Jahren umfangreiche Anstrengungen unternommen, das Viskoseverfahren durch alternative Verfahren abzulösen. So wurde z.B. das Verfahren entwickelt, Celluloseformkörper durch Ausfällen einer Lösung von Cellulose in einem System aus N-Methylmorpholin-N-

Oxid (NMMNO) und Wasser herzustellen (US 3,767 756, DE 28 30 685), das auch für die Herstellung von Nonwovens-Produkten eingesetzt werden kann (WO 00/18991, WO 98/07911). Beim sog. "Bemsliese"-Verfahren werden Baumwolllinters nach dem Cuproammoniumverfahren versponnen und zu Vliesen verarbeitet (US 3,833,438). Beide Verfahren haben darüber hinaus den Vorteil, dass die Nonwovens-Produkte aus Endlosfilamenten im Direktverfahren hergestellt werden können.

10

15

5

Ein schon lange bekanntes Verfahren zur Herstellung von Formkörpern aus Regeneratcellulose besteht im Ausfällen einer Lösung von Cellulosecarbamat (EP-A-57 105, EP-A 178 292), das durch Umsetzung von Cellulose mit Harnstoff bei thermischer Spaltung des Harnstoffs in Isocyansäure und Ammoniak und Reaktion der Isocyansäure mit den OH-Gruppen der Cellulose gebildet wird. Cellulosecarbamat ist in kalter verdünnter Natronlauge löslich und kann in erwärmter Natronlauge wieder zu Cellulose regeneriert werden.

20

25

Aufgabe der vorliegenden Erfindung war es daher, ein Verfahren zur Herstellung von Vliesstoffen aus Cellulosecarbamat in einem kontinuierlichen Prozess bei guten Produkteigenschaften bereitzustellen. Eine weitere Aufgabe bestand darin, dass das Verfahren den Ansprüchen hinsichtlich geringer Investitions- und Produktionskosten und geringer Umweltbelastung genügt.

30

35

Diese Aufgabe wird durch das Verfahren mit den Merkmalen des Anspruchs 1 und die Vliesstoffe mit den Merkmalen der Ansprüche 21 und 23 gelöst. Die Verwendung der erfindungsgemäßen Vliesstoffe wird in den Ansprüchen 28 bis 32 beschrieben. Die weiteren abhängigen Ansprüche zeigen vorteilhafte Weiterbildungen

5

10

15

20

25

30

35

auf.

Erfindungsgemäß wird ein Verfahren zur Herstellung von Vliesstoffen bereitgestellt, bei dem eine Cellulosecarbamat-Lösung mittels Extrusion durch einen mindestens 20 Öffnungen, d.h. Düsen, enthaltenden Düsenblock in ein Fällbad zu mehreren Endlosfäden versponnen wird, die im Anschluss durch Anströmen mit gasförmigem Medium und/oder Fluid unter Bildung des Vliesstoffes verwirbelt werden.

Überraschend konnte gezeigt werden, dass auch nach dem Carbamatverfahren ersponnene Fäden in einem kontinuierlichen Prozess zu Vliesstoffen verarbeitet werden können.

Die Zahl der auf dem Düsenblock, d.h. einer rechteckigen Fläche, deren Länge groß gegenüber der Breite ist, angeordneten Öffnungen ist abhängig von der Breite und Dicke des angestrebten Produkts und beträgt vorzugsweise mindestens 10000.

Die Öffnungen des Düsenblocks sind besonders bevorzugt arrayartig angeordnet. Ebenso ist es aber auch möglich, dass die Öffnungen des Düsenbalkens linear angeordnet sind. Das Verhältnis von Länge zu Durchmesser (L/D-Verhältnis) der Düsen liegt dabei vorzugsweise zwischen 1 und 20.

In einer bevorzugten Ausführungsvariante des Verfahrens werden die Endlosfäden senkrecht von unten nach oben in das Fällbad versponnen.

Weiterhin ist es bevorzugt, dass die Verspinnung der Endlosfäden im nassen Zustand erfolgt.

5

10

15

20

25

30

Nach dem Verspinnen werden die Endlosfäden vorzugsweise in einem schlitzförmigen Trichter nach unten geführt, wobei am Ausgang des Trichters die Verwirbelung mit dem gasförmigen Medium und/oder Fluid erfolgt. Zur Verbesserung der Verwirbelung der Endlosfäden ist es weiterhin bevorzugt, eine Rüttelbewegung des Trichters durchzuführen.

Als gasförmiges Medium und/oder Fluid werden vorzugsweise Luft und/oder Wasser eingesetzt.

Weiterhin ist es bevorzugt, dass die Endlosfäden nach der Verwirbelung auf einem Transportband abgelegt werden. Vorzugsweise wird dabei durch Rüttelbewegung des Transportbandes eine weitere Verwirbelung der Endlosfäden realisiert.

Vorzugsweise wird eine Cellulosecarbamat-Lösung verwendet, die einen Cellulosecarbamat-Anteil von mindestens 6 bis 12, bevorzugt 7 bis 9 Gew.-%, bezogen auf die Lösung, enthält.

Das Fällbad enthält bevorzugt Schwefelsäure mit einer Konzentration von 50 bis 200 g/l, besonders bevorzugt 70 bis 100 g/l sowie 100 bis 300 g/l, besonders bevorzugt 150 bis 200 g/l Natriumsulfat.

In einer weiteren vorteilhaften Ausführungsvariante des Verfahrens wird der Vliesstoff im Anschluss an die zuvor beschriebenen Schritte gewaschen, abgepresst sowie getrocknet. Das Waschen kann dabei vorzugsweise durch einen unter hohem Druck stehenden Wasserstrahl erfolgen.

Vorzugsweise wird das Cellulosecarbamat in einem Regenerierungsbad zu Cellulose regeneriert.

5

10

15

20

25

35

6

Besonders bevorzugt ist es dabei, dass das Cellulose-carbamat in einem Regenerierungsbad aus 0,3 bis 1 Gew.-% Natriumhydroxid in Wasser bei einer Temperatur von 60 bis 95° C zu Cellulose regeneriert wird. Hierdurch wird es ermöglicht, Vliesstoffe aus regenerierter Cellulose herzustellen. In einer ersten vorteilhaften Variante ist es möglich, die Regenerierung zwischen Extrusion und Verwirbelung durchzuführen. Eine weitere bevorzugte Variante sieht vor, dass die Regenerierung nach der Verwirbelung durchgeführt wird.

Erfindungsgemäß wird ebenso ein Vliesstoff aus einem Wirrgelege aus Endlosfäden aus Cellulosecarbamat bereitgestellt. Dabei ist es bevorzugt, dass der erfindungsgemäße Vliesstoff nach dem Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 16 herstellbar ist.

Erfindungsgemäß wird auch ein Vliesstoff aus einem Wirrgelege aus Endlosfäden aus regenerierter Cellulose bereitgestellt. Die regenerierte Cellulose weist dabei vorzugsweise einen Reststickstoffgehalt (Rest-N-Gehalt) von 0,3 bis 0,5, besonders bevorzugt 0,1 bis 1,2 auf.

Der Vliesstoff weist eine Porenstruktur mit einer bevorzugten Porosität von 1 bis 10 % auf.

Weiterhin ist es bevorzugt, dass der Vliesstoff eine spezifische innere Oberfläche zwischen 20 und 50 m²/cm³, gemessen mittels Röntgenkleinwinkelstreuung (engl. small angle x-ray scattering, SAXS), aufweist.

Es ist dabei besonders bevorzugt, dass der erfin-

5

10

15

20

25

30

35

dungsgemäße Vliesstoff nach dem Verfahren nach einem der Ansprüche 17 bis 20 herstellbar ist.

Verwendung finden die erfindungsgemäßen Vliesstoffe vorzugsweise in der Medizin, insbesondere als Operationsabdecktücher, Betttücher, Wundabdeckungen, Gaze oder Wattepads. Ebenso sind die Vliesstoffe auch als Hygienestoffe oder als Wischtücher im Haushalt einsetzbar. Ein weiteres Anwendungsfeld der erfindungsgemäßen Vliesstoffe sind Dekorationsvliesstoffe, insbesondere Tischdecken, Servietten oder Vorhänge sowie Einlegevliese in der Bekleidungsindustrie.

Eine weitere Verwendung betrifft Isoliermatten und Verstärkungsvliese, z.B. als Ersatz für Glasfaservliese, in der Bauindustrie.

Anhand der nachfolgenden Figuren der nachfolgenden Beispiele soll der erfindungsgemäße Gegenstand näher erläutert werden, ohne diesen auf die hierin beschriebenen Ausführungsvarianten zu beschränken.

- Fig. 1 zeigt eine schematische Darstellung des erfindungsgemäßen Verfahrensablaufs.
- Fig. 2 zeigt einen erfindungsgemäßen schlitzförmigen Trichter, an dessen Ausgang die Verwirbelung erfolgt.

Der prinzipielle Ablauf des Verfahrens ist in Figur 1 dargestellt. Hierbei wird die Spinnlösung 1 über eine Spinnpumpe 2 mittels eines Düsenbalkens 3, der eine Vielzahl von Düsen enthält, in ein Fällbad 4 extrudiert. Das Spinnen erfolgt dabei senkrecht von unten nach oben in das Fällbad. Über Umlenkrollen 5 werden

5

10

15

20

25

30

35

8

PCT/EP2005/001632

die Fasern in waagrechter Richtung abgezogen. Auf dieser Strecke kann sich optional ein erstes Waschbad und eine Reckstrecke befinden. Eine weitere Umlenkrolle 6 führt das Faserbündel anschließend nach unten in einen schlitzförmigen Trichter 7, an dessen Ausgang das Faserbündel beidseits von Luft oder Wasser angeströmt wird. Die so verwirbelten Fasern werden auf dem darunter befindlichen Transportband 8 abgelegt, wobei durch Rüttelbewegung der Ablegevorrichtung oder des Transportbandes quer zur Laufrichtung eine weitere Verwirbelung erfolgt. Das Band durchläuft ein Waschbad mit einer Waschdüse 9, das auch durch ein unter hohem Druck stehenden Wasserstrahl realisiert werden kann, und damit im Sinne des Spun-Lacing zu einer weiteren Verfestigung des Materials führt. Das Transportband besteht aus einem weitmaschigen Netz, vorzugsweise aus Metall, das ein rasches Ablaufen der Waschflüssigkeit gewährleistet. Anschließend kann das Material in entsprechenden Trocknungsvorrichtungen getrocknet werden. Das Wasser kann aber auch durch ein Walzenpaar ausgepresst werden, womit gleichzeitig eine Verdichtung des Vliesstoffes erreicht werden kann.

Figur 2 zeigt den Aufbau eines erfindungsgemäßen schlitzförmigen Trichters. Über den Fasereinlauf 1 kann die Faser in den besagten Trichter eingeführt werden. Der Transport der Faser durch den Trichter wird dabei durch eine Venturi-Düse ermöglicht, die das Wasserstrahl-Prinzip umsetzt. Durch die Öffnung 3 erfolgt die Zufuhr von Wasser, Luft oder auch einem Gemisch hiervon, das aufgrund des Venturi-Profils so am Kanal 4 vorbeiströmt, dass ein Unterdruck entsteht, der die Faser durch den Kanal 4 transportiert. Am unteren Ende 5 des Trichters befindet sich der Faserausgang, von wo aus die Endlosfäden dann weiter-

9

transportiert werden können.

Beispiel 1

5

10

15

20

25

30

35

800 g Zellstoff mit einem DP(Cuoxam) von 520 werden in einem Kneter mit 3200 g einer Lösung, bestehend aus 12 Gew.-% NaOh, 30 Gew.-% Harnstoff und 58 Gew.-% Wasser 1 h bei 25° C intensiv gemischt und anschließend bei 23° C 48 h auf einen DP(Cuoxam) von 300 vorgereift. Die feuchte Alkalicellulose wird bei Raumtemperatur in einem 5 l-Kneter mit 1200 g festem kristallinem Harnstoff 30 min. geknetet. Anschließend wird die Temperatur des Kneters auf 140° C erhöht und das vorhandene Wasser abgezogen. Nach Erreichen einer Produkttemperatur von 140° C wird die Masse 120 min weiter geknetet und anschließend aus dem Kneter ausgetragen. Zur Gewinnung des reinen Cellulosecarbamats wird die trockene krümelige Masse 3 mal mit entionisiertem Wasser bei einem Flottenverhältnis von 1:16 gewaschen, über einer Fritte abgesaugt und dann bei Raumtemperatur getrocknet. Dieses aufgelockerte und krümelige Produkt hatte einen Stickstoffgehalt von 3,0 % und einen DP(Cuoxam) von 290. Es wurde in einem Lösekessel mit Rührwerk bei -5 bis +2° C zu einer Lösung mit 7,5 % Cellulose und 9 % Natronlauge gelöst, die Lösung filtriert, unter Vakuum entlüftet und in ein Spinnbad, enthaltend 140 g/l Schwefelsäure und 240 g/l Natriumsulfat von 25° C zu Filamentgarnen mit 1000 Kapillaren versponnen, über ein Rollensystem zur Verwirbelungsdüse (Fig. 2) geführt, dort in einem Wasserstrom verwirbelt und kontinuierlich auf einem Förderband zu einem Vlies abgelegt, gewaschen und getrocknet. Das Flächengewicht des Vlieses betrug 100 g/m^2 .

10

PCT/EP2005/001632

Beispiel 2

800 q Zellstoff mit einem DP(Cuoxam) von 520 werden in einem Kneter mit 3200 g einer Lösung, bestehend aus 12 Gew.-% NaOh, 30 Gew.-% Harnstoff und 58 Gew.-% Wasser 1 h bei 25° C intensiv gemischt und naschließend bei 23° C 48 h auf einen DP_(Cuoxam) von 300 vorgereift. Die feuchte Alkalicellulose wird bei Raumtemperatur in einem 5 1-Kneter mit 1200 g festem kristallinem Harnstoff 30 min. geknetet. Anschließend wird die Temperatur des Kneters auf 140° C erhöht und das vorhandene Wasser abgezogen. Nach Erreichen einer Produkttemperatur von 140° C wird die Masse 120 min weiter geknetet und anschließend aus dem Kneter ausgetragen. Zur Gewinnung des reinen Cellulosecarbamats wird die trockene krümelige Masse 3 mal mit entionisiertem Wasser bei einem Flottenverhältnis von 1:16 gewaschen, über einer Fritte abgesaugt und dann bei Raumtemperatur getrocknet. Dieses aufgelockerte und krümelige Produkt hatte einen Stickstoffgehalt von 3,0 % und einen DP(Cuoxam) von 290. Es wurde in einem Lösekessel mit Rührwerk bei -5 bis +2° C zu einer Lösung mit 7,5 % Cellulose und 9 % Natronlauge gelöst, die Lösung filtriert, unter Vakuum entlüftet und in ein Spinnbad, enthaltend 90 g/l Schwefelsäure und 240 g/l Natriumsulfat von 25° C zu Filamentgarnen mit 1000 Kapillaren versponnen, über ein Rollensystem und ein Streckwerk 25 % verstreckt, zur Verwirbelungsdüse (Fig. 2) geführt, dort in einem Wasserstrom verwirbelt und kontinuierlich auf einem Förderband zu einem Vlies abgelegt, mit einer Sprühdüse unter hohem Druck gewaschen und getrocknet. Das Flächengewicht des Vlieses betrug 75 g/m².

5

10

15

20

25

30

11

Beispiel 3

5

10

15

20

25

30

800 q Zellstoff mit einem DP(Cuoxam) von 520 werden in einem Kneter mit 3200 g einer Lösung, bestehend aus 12 Gew.-% NaOh, 30 Gew.-% Harnstoff und 58 Gew.-% Wasser 1 h bei 25° C intensiv gemischt und anschließend bei 23° C 48h auf einen DP_(Cuoxam) vorgereift. Die feuchte Alkalicellulose wird bei Raumtemperatur in einem 5 l-Kneter mit 1200 g festem kristallinem Harnstoff 30 min geknetet. Anschließend wird die Temperatur des Kneters auf 140° C erhöht und das vorhandene Wasser abgezogen. Nach Erreichen einer Produkttemperatur von 140° C wird die Masse 120 min weiter geknetet und anschließend aus dem Kneter ausgetragen. Zur Gewinnung des reinen Cellulosecarbamats wird die trockene krümelige Masse 3 mal mit entionisiertem Wasser bei einem Flottenverhältnis von 1:16 gewaschen, über einer Fritte abgesaugt und dann bei Raumtemperatur getrocknet. Dieses aufgelockerte und krümelige Produkt hatte einen Stickstoffgehalt von 3,0 % und einen DP_(Cuoxam) von 290. Es wurde in einem Lösekessel mit Rührwerk bei -5 bis +2° C zu einer Lösung mit 7,5 % Cellulose und 9 % Natronlauge gelöst, die Lösung filtriert, unter Vakuum entlüftet und in ein Spinnbad, enthaltend 140 g/l Schwefelsäure und 240 g/l Natriumsulfat von 25° C zu Filamentgarnen mit 1000 Kapillaren versponnen, über ein Rollensystem zur Verwirbelungsdüse (Fig. 2) geführt, dort in einem Wasserstrom verwirbelt und kontinuierlich auf einem Förderband zu einem Vlies abgelegt. Das Vlies wird durch eine 0,5 %-ige Natronlauge geführt, anschließend gewaschen und getrocknet. Das Flächengewicht des Vlieses betrug 85 g/m².

35

30

Patentansprüche

- 1. Verfahren zur Herstellung von Vliesstoffen, bei dem eine Cellulosecarbamat-Lösung mittels Extrusion durch einen mindestens 20 Öffnungen enthaltenden Düsenblock in ein Fällbad zu mehreren Endlosfäden versponnen wird, die im Anschluss durch Anströmen mit gasförmigem Medium und/oder Fluid verwirbelt werden.
 - 2. Verfahren nach Anspruch 1,
- dadurch gekennzeichnet, dass ein Düsenblock mit mindestens 10000 Öffnungen eingesetzt wird.
 - 3. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 oder 2,
- dadurch gekennzeichnet, dass die Öffnungen des Düsenblock linear oder arrayartig angeordnet sind.
- 4. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
 - dadurch gekennzeichnet, dass das Verhältnis von Länge zu Durchmesser der Düsen von 1 bis 20 beträgt.

5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,

dadurch gekennzeichnet, dass die Endlosfäden senkrecht von unten nach oben in das Fällbad versponnen werden.

5

10

15

20

25

30

6. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,

dadurch gekennzeichnet, dass die Verspinnung der Endlosfäden im nassen Zustand erfolgt.

7. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,

dadurch gekennzeichnet, dass die Endlosfäden nach dem Verspinnen in einen schlitzförmigen Trichter nach unten geführt werden, wobei am Ausgang des Trichters die Verwirbelung mit dem gasförmigen Medium und/oder Fluid erfolgt.

8. Verfahren nach dem vorhergehenden Anspruch,

dadurch gekennzeichnet, dass durch Rüttelbewegung des Trichters eine weitere Verwirbelung der Endlosfäden erreicht wird.

 Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,

dadurch gekennzeichnet, dass als gasförmiges Me-

dium und/oder Fluid Luft und/oder Wasser eingesetzt werden.

10. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,

dadurch gekennzeichnet, dass die Endlosfäden nach der Verwirbelung auf einem Transportband abgelegt werden.

10

15

20

5

11. Verfahren nach dem vorhergehenden Anspruch,

dadurch gekennzeichnet, dass durch Rüttelbewegung des Transportbandes eine weitere Verwirbelung der Endlosfäden erreicht wird.

12. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,

dadurch gekennzeichnet, dass das Cellulosecarbamat in Natronlauge gelöst wird.

- 13. Verfahren nach dem vorhergehenden Anspruch,
- dadurch gekennzeichnet, dass der Cellulosecarbamat-Anteil der Cellulosecarbamat-Lösung mindestens 6 bis 12, insbesondere 7 bis 9 Gew.-%, bezogen auf die Lösung, beträgt.
- 30 14. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,

dadurch gekennzeichnet, dass das Fällbad aus

Schwefelsäure mit einer Konzentration von 50 bis 200 g/l, insbesondere 70 bis 100 g/l sowie 100 bis 300 g/l, insbesondere 150 bis 200 g/l Natriumsulfat besteht.

5

15. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,

10

dadurch gekennzeichnet, dass der Vliesstoff im Anschluss gewaschen, abgepresst und getrocknet wird.

16. Verfahren nach dem vorhergehenden Anspruch,

15

dadurch gekennzeichnet, dass das Waschen durch einen unter hohem Druck stehenden Wasserstrahl erfolgt.

20

17. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,

dadurch gekennzeichnet, dass das Cellulosecarbamat in einem Regenerierungsbad zu Cellulose regeneriert wird.

25

30

18. Verfahren nach dem vorhergehenden Anspruch,

dadurch gekennzeichnet, dass das Regenerierungsbad aus 0,3 bis 1 Gew.-% Natriumhydroxid in Wasser besteht und die Regeneration bei einer Temperatur von 60 bis 95 °C erfolgt.

5

15

20

30

16

19. Verfahren nach dem vorhergehenden Anspruch, dadurch gekennzeichnet, dass die Regenerierung zwischen Extrusion und Verwirbelung durchgeführt wird.

PCT/EP2005/001632

20. Verfahren nach Anspruch 18,

dadurch gekennzeichnet, dass die Regenerierung 10 nach der Herstellung des Vliesstoffes durchgeführt wird.

- 21. Vliesstoff aus einem Wirrgelege aus Endlosfäden aus Cellulosecarbamat.
- 22. Vliesstoff nach Anspruch 21,

dadurch gekennzeichnet, dass der Vliesstoff nach dem Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 16 herstellbar ist.

- 23. Vliesstoff aus einem Wirrgelege aus Endlosfäden aus regenerierter Cellulose.
- Vliesstoff nach Anspruch 23, 25 24.

dadurch gekennzeichnet, dass der Rest-N-Gehalt von 0,3 bis 0,5 %, insbesondere 0,1 bis 0,2 % beträgt.

25. Vliesstoff nach einem der Ansprüche 23 oder 24,

10

17

dadurch gekennzeichnet, dass der Vliesstoff eine Porenstruktur mit einer Porosität von 1 bis 10 % aufweist.

PCT/EP2005/001632

- 5 26. Vliesstoff nach einem der Ansprüche 23 bis 25,
 - dadurch gekennzeichnet, dass der Vliesstoff eine spezifische innere Oberfläche zwischen 20 und 50 m²/cm³, gemessen mittels Röntgenkleinwinkelstreuung (engl. small angle x-ray scattering, SAXS), aufweist.
 - 27. Vliesstoff nach einem der Ansprüche 23 bis 26,
- dadurch gekennzeichnet, dass der Vliesstoff mit dem Verfahren nach einem der Ansprüche 17 bis 20 herstellbar ist.
- 28. Verwendung der Vliesstoffe nach einem der An20 sprüche 21 bis 27 in der Medizin, insbesondere
 als Operationsabdecktücher, Betttücher, Wundabdeckungen, Gaze oder Wattepads.
- 29. Verwendung der Vliesstoffe nach einem der An-25 sprüche 21 bis 27 als Hygienestoffe oder als Wischtücher im Haushalt.
- 30. Verwendung der Vliesstoffe nach einem der Ansprüche 21 bis 27 als Dekorationsvliesstoffe,
 30 insbesondere Tischdecken, Servietten oder Vorhänge.

18

PCT/EP2005/001632

31. Verwendung der Vliesstoffe nach einem der Ansprüche 21 bis 27 als Einlegevliese in der Bekleidungsindustrie.

5 32. Verwendung der Vliesstoffe nach einem der Ansprüche 21 bis 27 als Verstärkungsvliese und Isoliermatten in der Bauindustrie.

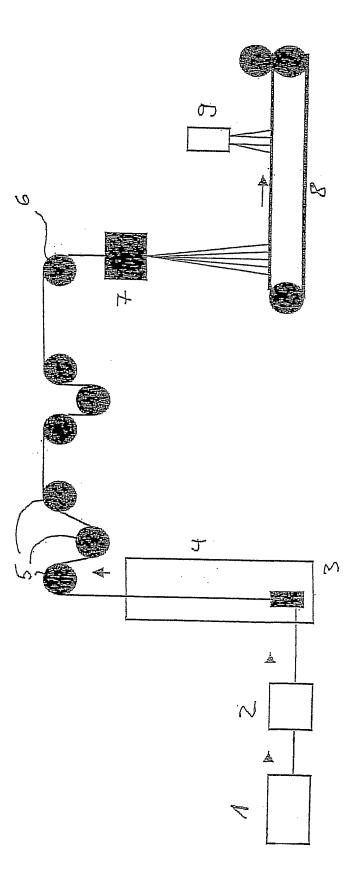
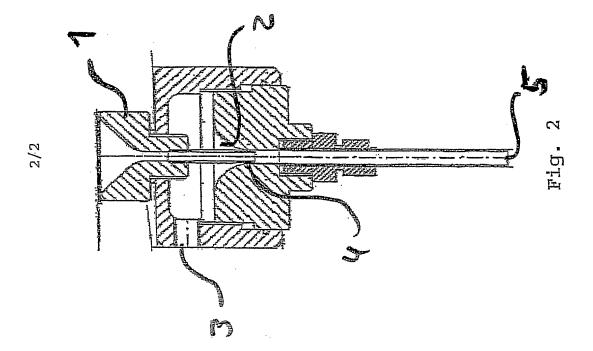


Fig. 1

1/2



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

In ational Application No PCT/EP2005/001632

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER IPC 7 D04H3/02 D04H3/03 D01F2/00 D04H3/16 D04H3/10 D01D5/08 D01F2/24 D02J1/08 D06B5/06

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ

Category °	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Х	WO 88/05090 A (NESTE OY) 14 July 1988 (1988-07-14) page 3, line 29 - page 4, line 4	21,22, 28-32
A	example 2	1–20
X	DE 25 39 725 A1 (ASAHI KASEI KOGYO K.K; ASAHI KASEI KOGYO K.K., OSAKA) 25 March 1976 (1976-03-25) examples 7,8	23–32
A	EP 0 879 906 A (LURGI ZIMMER AKTIENGESELLSCHAFT; ZIMMER AKTIENGESELLSCHAFT) 25 November 1998 (1998-11-25) column 2, line 18 - line 51 column 5, line 34 - column 6, line 6	1-32
χ Furt	ner documents are listed in the continuation of box C. X Patent family member	ers are listed in annex.

Further documents are listed in the continuation of box C.	X Patent family members are listed in annex.
Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier document but published on or after the international filling date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filling date but later than the priority date claimed	 "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art. "&" document member of the same patent family
Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
31 May 2005	06/06/2005
Name and mailing address of the ISA	Authorized officer
European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL – 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016	Fiocco, M

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

PCT/EP2005/001632

C.(Continu	ation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT	
Category °	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 83/03433 A (NESTE OY) 13 October 1983 (1983-10-13) examples	1-20
Α	GB 955 128 A (N. V. ONDERZOEKINGSINSTITUUT RESEARCH) 15 April 1964 (1964-04-15) page 1, line 11 - line 56 page 2, line 40 - line 46	1-20

INTERNATIONAL SEARCH REPORT Information on patent family members

Patent document ited in search report		Publication date		Patent family member(s)	Publication date
NO 8805090	A	14-07-1988	FI AT BE BR CA DD ES WO FRB INT JP NO SE US	865364 A 394400 B 903887 A 1001196 A5 8707621 A 1286464 C 274061 A5 3790861 T 2005498 A6 8805090 A1 2612951 A1 2207447 A ,B 168120 A1 1224440 B 1501804 T 8720728 A 883863 A ,B, 8802969 A 1697593 A3 4906521 A	01-07-1988 25-03-1992 15-09-1991 16-08-1989 03-10-1989 23-07-1991 06-12-1989 08-12-1988 01-03-1989 14-07-1988 30-09-1988 01-02-1989 09-02-1991 04-10-1990 22-06-1989 01-12-1988 30-08-1988 25-08-1988 07-12-1991 06-03-1990
 DE 2539725	A1	25-03-1976	JP JP JP JP JP FR GB IT US	1264725 C 52021301 A 59042107 B 945229 C 51032704 A 53025001 B 2284700 A1 1514553 A 1044388 B 4107374 A	16-05-1985 17-02-1977 12-10-1984 20-03-1979 19-03-1976 24-07-1978 09-04-1976 14-06-1978 20-03-1980 15-08-1978
EP 0879906	Α	25-11-1998	DE AT DE EP ES US	19721609 A1 211190 T 59802501 D1 0879906 A2 2165641 T3 5968433 A 6234778 B1	26-11-1998 15-01-2002 31-01-2002 25-11-1998 16-03-2002 19-10-1999 22-05-2001
WO 8303433	A	13-10-1983	FI AT BR CA DD DE EP WO IN IT NO SU US	64605 B 17876 T 8306665 A 1205958 A1 211586 A5 3362056 D1 0103618 A1 8303433 A1 158268 A1 1205634 B 834388 A ,B, 1612998 A3 4583984 A	31-08-1983 15-02-1984 07-02-1984 17-06-1986 18-07-1984 20-03-1986 28-03-1984 13-10-1983 11-10-1986 23-03-1989 29-11-1983 07-12-1990 22-04-1986
GB 955128	Α	15-04-1964	CH CH	388826 A 429526 A	28-02-1965 31-01-1967

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen PCT/EP2005/001632

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES IPK 7 D04H3/02 D04H3/03 D04H3/16 D01F2/00 D04H3/10 D06B5/06 D01D5/08 D01F2/24 D02J1/08 Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK B. RECHERCHIERTE GEBIETE Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole) $IPK \ 7 \quad D04H \quad D01F \quad D02J \quad D06B \quad D01D$ Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe) EPO-Internal, WPI Data, PAJ C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile Betr. Anspruch Nr. Kategorie^o WO 88/05090 A (NESTE OY) 21,22, χ 14. Juli 1988 (1988-07-14) 28-32 Seite 3, Zeile 29 - Seite 4, Zeile 4 Beispiel 2 1-20 A X DE 25 39 725 A1 (ASAHI KASEI KOGYO K.K; 23-32 ASAHI KASEI KOGYO K.K., OSAKA) 25. März 1976 (1976-03-25) Beispiele 7,8 EP 0 879 906 A (LURGI ZIMMER 1 - 32Α AKTIENGESELLSCHAFT: ZIMMER AKTIENGESELLSCHAFT) 25. November 1998 (1998-11-25) Spalte 2, Zeile 18 - Zeile 51 Spalte 5, Zeile 34 - Spalte 6, Zeile 6 Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu Siehe Anhang Patentfamilie "T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen 'A' Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist *E* ätteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden "L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend beirachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheilegend ist ausgeführt) "O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist "&" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist Datum des Abschlusses der internationalen Recherche Absendedatum des internationalen Recherchenberichts 31. Mai 2005 06/06/2005 Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde Bevollmächtigter Bediensteter Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016

Fiocco, M

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Intentionales Aktenzeichen PCT/EP2005/001632

Kategorie°	ung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
raiegone"	personniang der verollerialendig, somett entordental unter Angabe der III betracht wominenden Telle	реп. дигрионти.
A	WO 83/03433 A (NESTE OY) 13. Oktober 1983 (1983-10-13) Beispiele	1-20
A	GB 955 128 A (N. V. ONDERZOEKINGSINSTITUUT RESEARCH) 15. April 1964 (1964-04-15) Seite 1, Zeile 11 - Zeile 56 Seite 2, Zeile 40 - Zeile 46	1-20

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT Angaben zu Veröffentlichen, die zur selben Patentfamilie gehören



lm Recherchenbericht Datum der angeführtes Patentdokument Veröffentlichung			Mitglied(er) der Patentfamilie		Datum der Veröffentlichung	
	8805090 A		14-07-1988	FI 865364 A		01-07-1988
		•		ΑT	394400 B	25-03-1992
				ΑŤ	903887 A	15-09-1991
				BE	1001196 A5	16-08-1989
				BR	8707621 A	03-10-1989
				CA	1286464 C	23-07-1991
				DD	274061 A5	
						06-12-1989
				DE		08-12-1988
				ES	2005498 A6	01-03-1989
				MO	8805090 A1	14-07-1988
				FR	2612951 A1	30-09-1988
				GB	2207447 A ,B	01-02-1989
				IN	168120 A1	09-02-1991
				IT	1224440 B	04-10-1990
				JP	1501804 T	22-06-1989
				NL	8720728 A	01-12-1988
				NO	883863 A ,B,	30-08-1988
				SE	8802969 A	25-08-1988
				รับ	1697593 A3	07-12-1991
				US	4906521 A	06-03-1990
DE	2539725	A1	25-03-1976	JP	1264725 C	16-05-1985
				JP	52021301 A	17-02-1977
				JP	59042107 B	12-10-1984
				JP	945229 C	20-03-1979
				ĴΡ	51032704 A	19-03-1976
				ĴΡ	53025001 B	24-07-1978
				FR	2284700 A1	09-04-1976
				GB	1514553 A	14-06-1978
				IT	1044388 B	20-03-1980
				บร	4107374 A	15-08-1978
			25-11-1998	DE	19721609 A1	26-11-1998
C.F	0879906	А	72-11-13AQ			
				AT	211190 T	15-01-2002
				DE	59802501 D1	31-01-2002
				EP	0879906 A2	25-11-1998
				ES	2165641 T3	16-03-2002
				US	5968433 A	19-10-1999
				US	6234778 B1	22-05-2001
WO	8303433	A	13-10-1983	FI	64605 B	31-08-1983
			= = = = = = = =	ΑŢ	17876 T	15-02-1986
				BR	8306665 A	07-02-1984
				CA	1205958 A1	17-06-1986
				DD	211586 A5	18-07-1984
				DE	3362056 D1	20-03-1986
				EP	0103618 A1	28-03-1984
				WO	8303433 A1	13-10-1983
				IN	158268 A1	11-10-1986
				IT	1205634 B	23-03-1989
				NO	834388 A ,B,	29-11-1983
				SU	1612998 A3	07-12-1990
				US	4583984 A	22-04-1986
GR	955128	 А	15-04-1964		388826 A	28-02-1965
uD	JUJ120	п	10 04 1904	CH	429526 A	31-01-1967
				SE	315972 B	13-10-1969